

**DERWENT-ACC-NO:** 1998-608206

**DERWENT-WEEK:** 199851

*COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD*

**TITLE:** Refining aluminium and its alloys  
to remove alkaline metals,  
hydrogen and non-metal inclusions  
comprises adding fluorine salts  
of titanium and boron into flux  
used to treat melt

**INVENTOR:** KONONOV M V; LIPINSKII L P ; SHUSTEROV  
S V

**PATENT-ASSIGNEE:** ALUMINIUM MAGNESIUM INST STOCK CO  
[ALUMR] , VOLG ALUMINIUM STOCK CO  
[VLALR]

**PRIORITY-DATA:** 1997RU-105498 (April 4, 1997)

**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>
RU 2112065 C1	May 27, 1998	RU

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL-DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL- DATE</b>
RU 2112065C1	N/A	1997RU- 105498	April 4, 1997

**INT-CL-CURRENT:**

<b>TYPE</b>	<b>IPC DATE</b>
CIPS	C22B21/06 20060101
CIPS	C22B9/10 20060101

**ABSTRACTED-PUB-NO:** RU 2112065 C1**BASIC-ABSTRACT:**

Refining aluminium and its alloys includes treatment of a continuous stream of a melt by means of fluxes containing alkaline metal chlorides and fluorides and simultaneously stirring and separating the metal from the reaction products. Fluorine salts of titanium and boron are introduced into the flux in a ratio of 7-9:3-1 to the alkaline metal chlorides and fluorides. The melt is stirred at a speed which is 20-30 times higher than the speed of the melt stream. The flux is introduced into a vortex funnel produced by the stirrer at a depth which is equal to 0.3-0.4 that of the depth of immersion of the stirrer.

**USE** - The process is for the removal of alkaline metals, hydrogen and non-metal inclusions from aluminium and its alloys.

**ADVANTAGE** - Productivity is increased, metal loss and flux consumption are reduced and the alloy quality is improved.

**TITLE-TERMS:** REFINE ALUMINIUM ALLOY REMOVE  
ALKALINE METAL HYDROGEN NON  
INCLUSION COMPRISE ADD FLUORINE SALT  
TITANIUM BORON FLUX TREAT MELT

**DERWENT-CLASS:** M25

**CPI-CODES:** M25-F; M25-G01;

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers:** 1998-182238



(19) **RU** (11) **2 112 065** (13) **C1**  
(51) МПК<sup>6</sup> **C 22 B 21/06, 9/10**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 97105498/02, 04.04.1997

(46) Дата публикации: 27.05.1998

(56) Ссылки: 1. Курдюмов А.В., Инкин С.В. и др. Металлические примеси в алюминиевых сплавах. - Металлургия, 1988, с.132 - 136. 2. SU, авторское свидетельство СССР N 1688595. С 22 В 21/06. 1996.

(71) Заявитель:

Акционерное общество открытого типа  
"Волгоградский алюминий",  
Акционерное общество открытого типа  
"Всероссийский алюминиево-магниевый  
институт"

(72) Изобретатель: Кононов М.П.,  
Липинский Л.П., Шустеров С.В., Паленко  
А.И., Шеметев Г.Ф., Васильев В.А., Оскольских  
А.П., Кузнецов С.С., Чупалова Т.А.

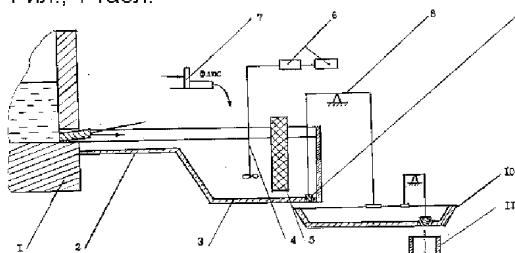
(73) Патентообладатель:  
Акционерное общество открытого типа  
"Волгоградский алюминий",  
Акционерное общество открытого типа  
"Всероссийский алюминиево-магниевый  
институт"

#### (54) СПОСОБ РАФИНИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ И СПЛАВОВ НА ЕГО ОСНОВЕ

### (57) Реферат:

Изобретение относится к рафинированию алюминиевых расплавов от примесей, например, щелочных металлов, водорода и неметаллических включений. Техническим результатом является повышение производительности процесса, снижение потерь металла и расхода флюса за счет его введения на стадии разливки и повышение качества готового сплава за счет достижения дополнительного эффекта модификации. Это решено тем, что при обработке непрерывного потока расплава флюсами, содержащими хлориды и фториды щелочных металлов, при одновременном его перемешивании мешалкой и отделении металлов от продуктов реакций в состав флюсов вводят фторсали титана и бора в соотношении к хлоридам и фторидам щелочных металлов (7 - 9):(3 - 1), при этом расплав перемешивается со скоростью в 20-30 раз больше скорости потока расплава, а флюс вводят в вихревую воронку, образованную мешалкой, при ее глубине,

равной 0,3-0,4 глубины погружения мешалки в расплав. Степень рафинирования расплава повышается в среднем: по оксидным включениям - на 50%, по водороду - почти на 60%, по натрию - практически на уровне ближайшего аналога. Более чем на порядок уменьшается размер макрозерна, что позволяет прогнозировать повышение физико-механических свойств сплава. Расход флюса снижается. При этом увеличивается производительность процесса в целом, поскольку не требуется дополнительных затрат времени на рафинирующую обработку. 1 ил., 1 табл.



-1-



(19) RU (11) 2 112 065 (13) C1  
(51) Int. Cl. 6 C 22 B 21/06, 9/10

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 97105498/02, 04.04.1997

(46) Date of publication: 27.05.1998

(71) Applicant:  
Aktionerное общество открытого типа  
"Volgogradskij aluminij",  
Aktionerное общество открытого типа  
"Vserossijskij aluminievo-magnievyj institut"

(72) Inventor: Kononov M.P.,  
Lipinskij L.P., Shusterov S.V., Palenko  
A.I., Shemetev G.F., Vasil'ev V.A., Oskol'skikh  
A.P., Kuznetsov S.S., Chupalova T.A.

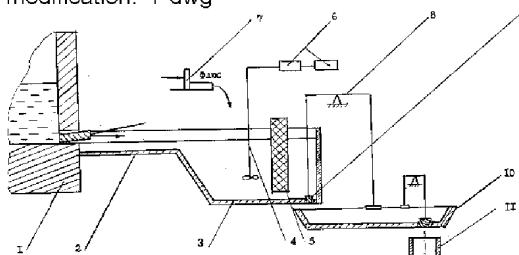
(73) Proprietor:  
Aktionerное общество открытого типа  
"Volgogradskij aluminij",  
Aktionerное общество открытого типа  
"Vserossijskij aluminievo-magnievyj institut"

(54) METHOD OF REFINING OF ALUMINUM AND ALUMINUM-BASE ALLOYS

(57) Abstract:

FIELD: refining of aluminum melts from impurities, for instance, from alkali metals, hydrogen and nonmetallic inclusions. SUBSTANCE: the offered method includes treatment of continuous flow of melt with fluxes containing chlorides and fluorides of alkali metals with its simultaneous mixing by mixer and separation of metal from reaction products, introduction into fluxes of titanium and boron fluorides with relation to chlorides and fluorides of alkali metals in ratio of (7-9):(3-1). In so doing, melt is mixed at the rate exceeding that of melt flow by a factor of 20-30 and flux is introduced into vertex funnel formed by mixer when its depth equals 0.3-0.4 of depth of mixer submersion into melt. Refining degree rises: with respect to oxide inclusions, by 50%; hydrogen, about 60%; sodium, practically, at the level of nearest analog. Size of micrograin reduces by more than one order of magnitude that makes it

possible to prognosticate improvement of physical and mechanical properties of alloy. Consumption of flux reduces, and productivity of process, as a whole, increases as there is no additional expenditure of time for refining treatment. EFFECT: higher productivity of the process, reduced losses of metal and consumption of flux due to its introduction at the stage of teeming, and higher quality of ready alloy due to achievement of additional effect of modification. 1 dwg



R  
U  
2  
1  
1  
2  
0  
6  
5

C  
1

R  
U  
2  
1  
1  
2  
0  
6  
5  
C  
1

Изобретение относится к цветной металлургии, конкретно к рафинированию алюминиевых расплавов от примесей, например, щелочных металлов, водорода, неметаллических включений.

Известен способ рафинирования алюминия, заключающийся во вдувании в расплав инертным газом флюсов различного состава (хлоридов натрия и калия, четыреххлористого углерода, гексахлорэтана) (см. Курдюмов А.В., Иникин С.В., Чулков В.С., Шадрин Г.Г. Металлические примеси в алюминиевых сплавах. - М.: Металлургия, 1988, с. 132 - 136). Показано, что введение в расплав 2 кг на 1 т алюминия порошка гексахлорэтана в смеси с азотом позволяет снизить содержание натрия до 0,0004%. Установлено также, что наиболее высокие механические свойства имеют полуфабрикаты, полученные из металла, рафинированного смесью аргона с четыреххлористым углеродом. Флюсы эффективнее применять в сочетании с продувкой активными газами, которым принадлежит основная роль в очистке расплава от примесей: флюсы же преимущественно улавливают продукты взаимодействия газа с расплавом и неметаллические включения.

Основные недостатки этого способа состоят в том, что здесь процесс рафинирующей обработки расплава осуществляется в печи либо в ковше и требует заметных затрат времени, при этом достигнутые результаты рафинирования могут ощутимо быть снижены (особенно по водороду и неметаллическим включениям) из-за того, что в процессе разливки готового сплава металл способен как окисляться, так и загрязняться водородом и неметаллическими включениями. Кроме того, указанные составы используемых флюсов не способны оказывать модифицирующего воздействия на алюминий и его сплавы.

Наиболее близким по технической сущности заявляемому способу является способ рафинирования алюминия и его сплавов, состоящий в том, что на поверхность расплава в емкости загружают флюс, содержащий фториды и/или хлориды алюминия и щелочных металлов, осуществляют механическое перемешивание расплава в течение определенного времени, необходимого для снижения концентрации примесей до заметного уровня, съем шлака, при этом перемешивание ведут с числом оборотов, равным 1,0 - 1,2 от определяющего числа оборотов мешалки, а центр рабочей части мешалки находится от нижней границы расплава на расстоянии, равном 0,1 - 0,2 высоты расплава (авт.св. СССР N 1688595, кл. С 22 В 21/06, 9/10, 1995).

Главные недостатки этого способа заключаются в том, что рафинирование, как и в предыдущем способе, производится в стационарной емкости (ковше), что приводит к затратам времени и насыщению расплава водородом и оксидными включениями на последующих технологических стадиях процесса приготовления готового металла. Кроме того, используемые составы флюсов не содержат компонентов, которые в дальнейшем смогли бы оказать влияние на модифицирование структуры готового материала.

Техническая задача изобретения - повышение производительности процесса, снижение потерь металла и расхода флюса, повышение качества готового сплава за счет достижения дополнительного эффекта - модифицирования.

Техническая задача решается тем, что в известном способе рафинирования и его сплавов, включающем обработку непрерывного потока расплава флюсами, содержащими хлориды и фториды щелочных металлов, при одновременном его перемешивании мешалкой и отделении металла от продуктов реакций в состав флюсов вводят фторосоли титана и бора в соотношении (7 - 9) : (3 - 1), при этом расплав перемешивают со скоростью в 20 - 30 раз больше скорости потока металла, а флюс вводят в вихревую воронку, образованную мешалкой, при ее глубине равной 0,3 - 0,4 глубины погружения мешалки в расплав.

Сущность изобретения заключается в том, что при введении в алюминий в качестве флюса фторбората и фортитаната калия протекает реакция, которая экзотермична и смещается вправо во всем интервале температур, в результате образуются модифицирующие титан- и борсодержащие интерметаллиды ( $TiB_2$  и  $Al_2Ti$ ) и газообразный фторид алюминия, активно удаляющий примеси щелочных металлов по прямой химической реакции с ними (например,  $AlF_3 + Na \rightarrow 3NaF + Al$ ), а также взвешенные включения и водород соответственно за счет флотации и диффузии (Бондарев Б.И., Напалков В.И., Тараарышкин В.И. Модифицирование алюминиевых деформируемых сплавов. - М.: Металлургия, 1979).

Для описанного процесса интенсивное перемешивание является фактором необходимым, поскольку для эффективного протекания указанных реакций требуется постоянный массообмен между фазами. Интенсивность перемешивания расплава в реакционной зоне, усиливаемая тем, что процесс обработки осуществляется в потоке металла на стадии разливки, обеспечивается установленной скоростью перемешивания металла в зависимости от скорости потока и подачей флюса в определенный участок расплава.

Выбранные параметры лимитируются следующими факторами. Проведенными экспериментами установлено, что в случае, когда соотношение фторсолей титана и бора и хлоридов и фторидов щелочных металлов выбиралось ниже 7 : 3, обеспечивалась приемлемая степень рафинирования расплава от примесей, но не достигался необходимый модифицирующий эффект; в случае, когда это соотношение превышало 9 : 1, не было получено результатов с повышенным рафинирующим модифицирующим эффектом по сравнению с тем, что имел место при соотношении компонентов флюса (7 - 9) : (3 - 1).

Для краткости изложения введем следующие обозначения:

$$V_2 = (20 - 30)V_1 \text{ и } h = (0,3 - 0,4)H,$$

где

$V_1$  - скорость потока металла в разливочном желобе, м/с;

$V_2$  - скорость перемешивания потоков

**Р  
У  
2  
1  
1  
2  
0  
6  
5  
С  
1**

металла в рабочей зоне мешалки, м/с;  
 $h$  - углубление центральной вихревой воронки, м;  
 $H$  - глубина погружения мешалки в металл, м.  
Установлено, что при выборе  $V_2 < 20V_1$  часть флюса не успевает использоваться по назначению (т. е. отреагировать с алюминием), вследствие чего не обеспечивается достижение необходимой степени удаления примесей и ожидаемого модифицирующего эффекта. Когда же  $V_2 > 30V_1$ , не происходит улучшения качественных показателей, которые достигаются при условии  $V_2 = (20 - 30)V_1$ .

При выборе  $h < 0,3H$  имеют место непроизводительные потери флюса из-за частичной возгонки, вызываемой снижением скорости его замешивания в расплав, что в дальнейшем снижает и модифицирующий эффект из-за потери потенциальных центров кристаллизации в них титан- и борсодержащих интерметаллидов; когда же  $h > 0,4H$ , то может произойти обнажение рабочей части мешалки, вследствие чего увеличиваются потери металла на окисление, а также дополнительное загрязнение расплава водородом и оксидными включениями.

При выборе значения скорости течения металла в разливочном желобе ( $V_1$ ) при литье слитков из алюминия и его сплавов использованы известные рекомендации (Плавка и литье алюминиевых сплавов. /Справочное руководство под редакцией В.И. Добаткина. - М.: Металлургия, 1970, с. 176 - 224). Скорость перемешивания металла  $V_2$  (скорость движения потоков в рабочей зоне мешалки) определяли по известной методике (Шустеров В.С. Исследование и разработка способа интенсификации процессов приготовления сплавов на основе алюминия-сырца, диссертация на соиск. уч. степени к.т.н., Л., 1981, с. 46 - 57).

Способ испытан в промышленных условиях и осуществляется следующим образом.

На чертеже показан разрез печи в зоне литья с установкой для рафинирования.

Из газовой отражательной печи 1 вместимостью 25000 кг жидкий алюминий марки А6 выпускается в разливочный желоб 2 (где  $V_1 = 0,0015$  м/с), на котором смонтирована установка для рафинирования, представляющая футерованную емкость 3 с внутренними размерами 50 (длина) • 20 (ширина) • 30 (глубина) см вместимостью 70 кг, разделенную перегородкой 5 на две камеры; попадая в первую из них (ее вместимость составляет 2/3 объема емкости 3, т.е. 46 кг), расплав подвергается флюсовой рафинирующей обработке, заключающейся в том, что в расплав погружается мешалка 4, приводимая в движение приводом 6 до получения скорости перемешивания  $V_2 = 0,030$  м/с ( $V_2 = 20V_1$ ), а в углубление образующейся центральной вихревой воронки, равное 0,3 глубины погружения мешалки (при  $H = 12$  см обычно эта величина составляет приблизительно 0,2 - 0,4 глубины расплава  $h = 0,3 \cdot 12 = 3,6$  см), с помощью шнекового механизма 7 вводится флюс, состоящий из смеси ( $KBF_4 + K_2TiF_6$ ) и ( $NaCl + NaF$ ) в соотношении 7 : 3;

обработанный металл перетекает во вторую камеру (вместимостью 24 кг), после заполнения которой с помощью "коромысла" 8 и стопора 9 он подается в литьевой желоб 10 и далее в кристаллизатор 11.

Исходное содержание примесей в алюминиевом расплаве и характеристика макроструктуры (размер зерна) в пробах, отобранных до камеры рафинирования:

Неметаллических включений ( $Al_2O_3$ ) по химическому анализу - 0,020%

Водорода - 0,22 см<sup>3</sup>/100 г

Натрия - 0,0025%

Размер зерна в отливке, определяемый методом секущих - 3,5 мм

(Бондарев Б.И. и др. Модифицирование алюминиевых деформируемых сплавов, с. 181).

Содержание примесей и размер зерна в пробах, отобранных после рафинирующей обработки:

Неметаллических включений - 0,004%

Водорода - 0,06 см<sup>3</sup>/100 г

Натрия - 0,0001%

Размер зерна - 0,3 мм

Из приведенных данных видно, что достигается весьма высокая степень рафинирования расплава от примесей (определенная по формуле

$$K = \frac{C_0 - C}{C_0} \cdot 100 \%,$$

где  $C_0$  и  $C$  -

исходное и конечное содержание примесей в расплаве соответственно): по неметаллическим включениям - около 73%, по натрию 92%. При этом размер макрозерна уменьшился более чем в 10 раз, а его величина позволяет отнести это зерно к мелким равносернистым кристаллам (Там же, с. 181).

Заявляемый способ исследовался также с запредельными и предельными значениями выбранных параметров. Исследовался и известный способ (прототип).

Результаты исследований приведены в таблице.

Из данных таблицы следует, что наиболее высокие показатели процесса рафинирования достигаются при использовании заявляемого способа и соблюдении выбранных параметров процесса. Так, степень рафинирования расплава в сравнении со способом-прототипом повысилась в среднем: по оксидным включениям - на 50%; по водороду - почти на 60%; по натрию - практически на уровне прототипа. При этом более чем на порядок уменьшился размер макрозерна, что позволяет прогнозировать повышение физико-механических свойств сплава. Расход флюса снизился на 25%. Кроме того, при использовании заявляемого способа повышается производительность процесса в целом, поскольку здесь не требуется дополнительных затрат времени на рафинирующую обработку (она осуществляется во время разливки металла), а в способе-прототипе - это отдельная (внепечная) операция. Следствием этого является также снижение безвозвратных потерь компонентов расплава.

#### Формула изобретения:

Способ рафинирования алюминия и сплавов на его основе, включающий обработку непрерывного потока расплава

R U ? 1 1 2 0 6 5 C 1

флюсами, содержащими хлориды и фториды щелочных металлов, при одновременном его перемешивании мешалкой и отделение металла от продуктов реакций, отличающийся тем, что в состав флюса вводят фторсоли титана и бора в соотношении к хлоридам и фторидам щелочных металлов 7 - 9 : 3 - 1,

при этом расплав перемешивают со скоростью в 20 - 30 раз больше скорости потока металла, а флюс вводят в вихревую воронку, образованную мешалкой, при ее глубине, равной 0,3 - 0,4 глубины погружения мешалки в расплав.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-5-

R U 2 1 1 2 0 6 5 C 1

Т а б л и ц а

№№ п/п опытов	Скорость перемешивания расплава в зоне рабочей части мешалки в зависимости от скорости потока металла, м/с	Величина углубления центральной вихревой воронки в зависимости от глубины погружения мешалки, см	В составе флюса отношение фтор соди титана и бора к хлоридам и фторидам	Расход флюса, кг/т	Содержание примесей в расплаве после рафиирования		Размер макро- зерна, мм
					Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	H <sub>2</sub> , см <sup>3</sup> /100 г	
1	-	-	-	1,6	0,010	0,14	0,0001
2	-	-	-	1,8	0,008	0,12	0,0008
<b>Известный способ (прототип)</b>							
3	V <sub>2</sub> =18 V <sub>1</sub> =0,027	h=0,35 H=4,25	-	1,5	0,006	0,11	0,0003
4	V <sub>2</sub> =20 V <sub>1</sub> =0,03	" -	-	1,4	0,004	0,06	0,0002
5	V <sub>2</sub> =25 V <sub>1</sub> =0,0375	" -	7:3	1,3	0,004	0,05	0,0001
6	V <sub>2</sub> =30 V <sub>1</sub> =0,045	" -	-	1,3	0,005	0,06	0,0001
7	V <sub>2</sub> =35 V <sub>1</sub> =0,0525	" -	-	1,4	0,004	0,06	0,0001
8	V <sub>2</sub> =25 V <sub>1</sub> =0,0375	h=0,25 H=3,0	-	1,4	0,006	0,10	0,0003
9	" -	h=0,3 H=3,6	-	1,3	0,004	0,06	0,0002
10	" -	h=0,35 H=4,25	7:3	1,3	0,004	0,06	0,0001
11	" -	h=0,4 H=4,8	-	1,4	0,005	0,05	0,0001
12	" -	h=0,45 H=5,45	-	1,4	0,007	0,11	0,0004
13	V <sub>2</sub> =25 V <sub>1</sub> =0,0375	h=0,35 H=4,25	6:4	1,4	0,007	0,11	0,0003
14	" -	h=0,35 H=4,25	8:2	1,3	0,004	0,06	0,0002
15	" -	" -	9:1	1,2	0,004	0,05	0,0001
16	" -	" -	9:5:0,5	1,5	0,005	0,012	0,0003

Примечание. Содержание примесей и размер зерна в пробах, отобранных до рафиирования, соответствовало тем значениям, которые приведены в примере конкретного выполнения способа